

DIN ISO 15632

ICS 71.040.99

**Mikrobereichsanalyse –
Ausgewählte instrumentelle Performanceparameter zur Spezifizierung
und Überprüfung energiedispersiver Röntgenspektrometer für die
Anwendung in der Elektronenstrahl-Mikrobereichsanalyse
(ISO 15632:2012)**

Microbeam analysis –

Selected instrumental performance parameters for the specification and checking of energy-dispersive X-ray spectrometers for use in electron probe microanalysis
(ISO 15632:2012)

Analyse par microfaisceaux –

Paramètres de performance instrumentale sélectionnés pour la spécification et le contrôle des spectromètres X à sélection d'énergie utilisés en microanalyse par sonde à électrons
(ISO 15632:2012)

Gesamtumfang 17 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Anforderungen	8
4.1 Allgemeine Beschreibung.....	8
4.2 Energieauflösung.....	9
4.3 Totzeit.....	9
4.4 Peak-zu-Untergrund-Verhältnis	9
4.5 Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz.....	9
5 Überprüfen weiterer Performanceparameter.....	10
5.1 Allgemeines	10
5.2 Stabilität der Energieskala und -auflösung.....	10
5.3 Pile-up-Effekte.....	10
5.4 Regelmäßige Überprüfung der Spektrometerperformance.....	10
Anhang A (normativ) Messung der Linienbreiten (FWHM) zur Bestimmung der Energieauflösung des Spektrometers.....	11
Anhang B (normativ) Bestimmung des L-zu-K-Verhältnisses als ein Maß für die Energieabhängigkeit der instrumentellen Detektoreffizienz des Messgeräts	15
Literaturhinweise.....	17

Nationales Vorwort

Diese Internationale Norm (ISO 15632:2012) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 202 „Microbeam analysis“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SAC (China) gehalten wird. Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-18 AA „Elektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder] DKE sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Für die im nachfolgenden Text zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden nationalen Normen hingewiesen.

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

ISO 18115-1 siehe DIN ISO 18115-1*

ISO 22309 siehe DIN ISO 22309

*in Vorbereitung

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN ISO 18115-1, *Chemische Oberflächenanalyse — Vokabular — Teil 1: Allgemeine Begriffe und Begriffe für die Spektroskopie*

DIN ISO 22309, *Mikrobereichsanalyse — Quantitative Analyse mittels energiedispersiver Spektroskopie (EDS) für Elemente mit der Ordnungszahl 11 (Na) oder höher*

Mikrobereichsanalyse — Ausgewählte instrumentelle Performanceparameter zur Spezifizierung und Überprüfung energiedispersiver Röntgenspektrometer für die Anwendung in der Elektronenstrahl-Mikrobereichsanalyse

Einleitung

Die jüngsten Fortschritte in der energiedispersiven Röntgenspektrometrie (en: energy-dispersive x-ray spectrometry, EDS) durch verbesserte Herstellungstechnologien für Detektorkristalle und Anwendung verbesserter Impuls-Verarbeitungstechniken haben die allgemeine Leistungsfähigkeit der Spektrometer verbessert, insbesondere bei hohen Impulsraten und im Niederenergiebereich (unterhalb von 1 keV). Es wurde notwendig, diese Internationale Norm zu überarbeiten, weil die Siliciumdrift-detektor-Technologie (en: silicon drift detector, SDD) nicht enthalten war. SDDs bieten mit Si-Li-Detektoren vergleichbare Performance, sogar bei erheblich höheren Impulsraten. Zusätzlich führt ein größerer aktiver Detektorbereich dazu, dass sogar noch höhere Impulsraten gemessen werden können. Diese Internationale Norm wurde daher mit Kriterien zur Bewertung der Performance derartiger moderner Spektrometer aktualisiert.

In der Vergangenheit wurde ein Spektrometer normalerweise durch seine Energieauflösung im Hochenergiebereich spezifiziert, die als Halbwertsbreite (en: full peak width at half maximum, FWHM) der Mangan K α -Linie definiert war. Um die Eigenschaften im Niederenergiebereich festzulegen, werden von den Herstellern Werte für die FWHM bei Kohlenstoff K, Fluor K oder beim Nullpeak angegeben. Einige Hersteller spezifizieren außerdem ein Peak-zu-Untergrund-Verhältnis, das in einem Spektrum aus einer ^{55}Fe -Quelle als ein Peak-zu-Tal-Verhältnis oder in einem Bor-Spektrum als ein Peak-zu-Tal-Verhältnis definiert werden kann. Für die gleiche Größe werden manchmal unterschiedliche Definitionen verwendet. Die Empfindlichkeit des Spektrometers bei niedrigen Energien bezogen auf die Empfindlichkeit bei hohen Energien hängt stark vom Aufbau des Detektorkristalls und vom verwendeten Strahleneintrittsfenster ab. Obwohl eine hohe Empfindlichkeit bei niedrigen Energien für die Anwendung des Spektrometers bei der Analyse von Verbindungen aus leichten Elementen wichtig ist, spezifizieren die Hersteller normalerweise keine Energieabhängigkeit für die Spektrometereffizienz.

Diese Internationale Norm wurde wegen der weltweiten Nachfrage nach Mindestspezifikationen für energiedispersive Röntgenspektrometer entwickelt. EDS ist eine der am häufigsten bei der Analyse der chemischen Zusammensetzung von Festkörpern und Dünnschichten verwendeten Verfahren. Mit dieser Internationalen Norm sollte der Vergleich der Performance verschiedener Spektrometerausführungen auf der Grundlage einer einheitlichen Spezifikation möglich sein und sie sollte helfen, für eine bestimmte Aufgabenstellung das optimale Spektrometer zu finden. Außerdem liefert diese Internationale Norm einen Beitrag zur Angleichung der Leistungen in einzelnen Prüflaboratorien. Nach ISO/IEC 17025 [1] müssen derartige Laboratorien in regelmäßigen Abständen den Kalibrierstatus ihrer Ausrüstung nach einem festgelegten Verfahren überprüfen. Diese Internationale Norm kann in allen relevanten Prüflaboratorien als Leitfaden für vergleichbare Verfahren dienen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die wichtigsten Größen fest, die ein energiedispersives Röntgenspektrometer charakterisieren, das im Wesentlichen aus einem Halbleiterdetektor, einem Vorverstärker und einer Signalverarbeitungseinheit besteht. Diese Internationale Norm gilt ausschließlich für Spektrometer mit Halbleiterdetektor, die nach dem Prinzip der Festkörperionisierung funktionieren. Diese Internationale Norm legt die Mindestanforderungen fest und wie die relevanten Performanceparameter bei derartigen an einem Rasterelektronenmikroskop (REM) oder Elektronenstrahlmikroanalysator (ESMA) angeschlossenen Spektrometer zu überprüfen sind. Das bei der eigentlichen Analyse angewandte Verfahren ist in ISO 22309 [2] und ASTM E1508 [3] beschrieben und liegt außerhalb des Anwendungsbereiches dieser Internationalen Norm.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 23833, *Microbeam analysis — Electron probe microanalysis (EPMA) — Vocabulary*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 23833 und die folgenden Begriffe.

ANMERKUNG Mit Ausnahme von 3.1, 3.2, 3.2.1, 3.2.2, 3.11, 3.12 und 3.13 sind diese Definitionen in gleicher oder analoger Form in ISO 22309 [2], ISO 18115-1 [4] und ISO 23833 angegeben.

3.1 energiedispersives Röntgenspektrometer

Gerät zur Bestimmung der Röntgenstrahlintensität als Funktion der Strahlungsenergie durch gleichzeitiges Aufzeichnen des gesamten Röntgenspektrums

ANMERKUNG Das Spektrometer besteht aus einem Festkörperdetektor, einem Vorverstärker und einem Impulsprozessor. Der Detektor konvertiert die Energie der Röntgenphotonen in elektrische Stromimpulse, die durch den Vorverstärker verstärkt werden. Der Impulsprozessor sortiert die Impulse nach der Amplitude, um ein Verteilungshistogramm der Röntgenstrahlintensität über der Energie zu erstellen.

3.2 Impulsrate

Zählrate

Anzahl der Röntgenphotonen je Sekunde

3.2.1 Eingangsimpulsrate

Eingangszählrate

ICR

(en: input count rate)

Anzahl der Röntgenphotonen, die je Sekunde vom Detektor absorbiert werden